SNI 07-1161-1989

Standar Nasional Indonesia

Aluminium dan paduan aluminium, Cara uji kimia kadar boron

ICS 77.120.10

Badan Standardisasi Nasional

CARA UJI KIMIA KADAR BORON
DALAM ALUMINIUM DAN PADUAN ALUMINIUM

1. RUANG LINGKUP

Standar ini meliputi cara pengambilan contoh dan cara uji kimia kadar boron dalam aluminium dan paduan aluminium.

2. CARA PENGAMBILAN CONTOH

Cara pengambilan contoh sesuai SII. 1465 - 85

3. CARA UJI

Cara uji dapat dilakukan dengan salah satu metoda :

3.1. Metoda fotometri dengan asam karminat

1) Metoda A

   Batas konsentrasi 0,005 - 0,060 %

2) Metoda B

   Batas konsentrasi 0,01 - 0,07 %

3.1.1. Metoda fotometri dengan karminat (metoda A)

3.1.1.1. Prinsip

Boron, dalam bentuk asam borat, bereaksi dengan karminat dalam larutan asam sulfat pekat menghasilkan warna ungu. Diukur serapannya pada panjang gelombang ± 585 nm.

3.1.1.2. Pereaksi

1) Larutan baku boron (1 ml = 0,05 mg B)

   Larutan 0,2857 g kristal asam borat (H_3BO_3) dalam air panas (jangan lebih dari 40 °C). Dinginkan, lalu pindahkan ke dalam labu ukur 1000 ml, dan encerkan sampai tanda tera kemudian kocok.

2) Air brom (pekat)

3) Larutan asam karminat (0,92 g/l)

   Pindahkan 0,46 g karminat ke dalam botol 1000 ml yang kering dan bertutup plastik. Tambahkan 500 ml H_2SO_4 dan masukkan pengaduk magnit berlapis plastik, tutup botol dan aduk dengan menggunakan pengaduk magnit sampai karminat larut sempurna lalu simpan ditempat yang gelap.

4) Natrium karbonat (Na_2CO_3) bebas air.

3.1.1.3. Peralatan

Fotometri

3.1.1.4. Prosedur

3.1.1.4.1. Larutan uji

1) Timbang 1,0 g contoh dengan ketelitian 1 mg dan pindahkan dalam Erlenmeyer 250 ml.

2) Tambahkan 15 ml air brom, dan 10 ml HCl. Jika reaksi terlalu cepat, dinginkan sampai reaksi berkurang. Jika reaksi sangat lambat larutan dipanaskan.

3) Setelah reaksi sempurna, panaskan jangan sampai mendidih untuk menghilangkan pengaruh brom.

4) Saring larutan dengan menggunakan kertas saring kasar, dg kadar abu rendah yang berdiameter 7 cm kedalam labu ukur 50 ml.

5) Cuci Erlenmeyer dan kertas saring 3 sampai 4 kali dengan air panas.

6) Usahakan volume filtrat kurang dari 40 ml dan simpan.

7) Taburi sampai merata residu pada kertas saring dengan 0,25 g Na_2CO_3 bebas air dan pindahkan kertas kedalam cawan platina kecil.

8) Keringkan dan arangkan pada suhu rendah diatas pembakar Meker, naikkan suhu secara bertahap sampai kertas teroksidasi sempurna dan melebur.

9) Lanjutkan pemanasan leburan sampai sempurna ($\pm$ 10 menit), lalu dinginkan pada suhu kamar.

10) Larutkan leburan dengan $\pm$ 5 ml air panas dan tambahkan tetesan H_2SO_4 (1+1) sampai reaksi berhenti.

11) Tambahkan larutan kedalam filtrat dalam ukur 50 ml (3.1.1.4.1. butir 6) dinginkan, encerkan dengan air sampai tanda tera dan kocok.

3.1.1.4.2. Larutan pembanding

Buat pereaksi dengan menggunakan yang sama, untuk digunakan sebagai larutan pembanding.

3.1.1.4.3. Pengembangan warna

Pipet 2 ml aliquot dari larutan, dan pindahkan kedalam Erlenmeyer 50 ml yang kering dan bertutup gelas. Tambahkan 10,0 ml H_2SO_4, kocok dan dinginkan pada suhu kamar. Tambahkan 10,0 ml larutan asam karminat, tutup, kocok dan hindarkan dari cahaya yang kuat selama 45 menit.

3.1.1.4.4. Fotometri

Pindahkan sejumlah larutan uji yang sesuai kedalam sel serapan dan ukur serapannya pada panjang gelombang ± 585 nm.

3.1.1.5. Pembuatan kurva kalibrasi

3.1.1.5.1. Larutan kalibrasi

Pipet 1,0; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0; 10,0; dan 12,0 ml larutan boron (1 ml = 0,05 mg B) dan pindahkan kedalam ketujuh labu ukur 50 ml. Tambah 10 ml H_2SO_4 (1+1), encerkan dengan air sampai 40 ml, kocok dan dinginkan pada suhu kamar. Encerkan sampai tanda tera dan kocok. Pengerjaan selanjutnya sesuai dengan 3.1.1.4.3.

3.1.1.5.2. Larutan pembanding

Pipet 10 ml H_2SO_4 (1+1) kedalam labu ukur 50 ml, encerkan sampai 40 ml, kocok dan dinginkan pada suhu kamar. Encerkan sampai tanda tera dan kocok lagi. Pengerjaan selanjutnya sesuai dengan 3.1.1.5.3.

3.1.1.5.3. Pengembangan warna

Pipet dan pindahkan 2 ml aliquot dari larutan pembanding dan dari masing-masing larutan kalibrasi kedalam beberapa Erlenmeyer 50 ml yang kering dan mempunyai tutup gelas. Tambahkan 10,0 ml H_2SO_4, kocok dan dinginkan pada suhu kamar. Tambahkan 10,0 ml larutan karminat, tutup, kocok dan hindarkan dari cahaya yang kuat selama 45 menit.

3.1.1.5.4. Fotometri

Pindahkan jumlah larutan pembanding gang sesuai kedalam sel serapan dan ukur serapannya pada panjang gelombang ± 585 nm.

3.1.1.5.5. Kurva kalibrasi

Buat kurva kalibrasi antara serapan yang diperoleh terhadap mg boron per 22 ml larutan.

3.1.1.5.6. Perhitungan

Konversikan pembacaan fotometri dari larutan uji ke dalam mg boron dengan menggunakan kurva kalibrasi.

Kadar boron di dalam contoh dapat dihitung dari rumus :

$$\text{Kadar boron} = \frac{A}{(B \times 100)} \times 100\ \%$$

dimana :

A = berat boron dalam 22 ml larutan akhir (mg)

B = berat contoh dalam 22 ml larutan akhir (g)

Catatan :

Prosedur ini berlaku untuk sel serapan dengan ukuran 10 mm, sel dengan ukuran lain juga dapat digunakan dengan penyesuaian jumlah contoh dan reaksi.

3.1.2. Metoda fotometri dengan asam karminat (Metoda B)

3.1.2.1. Prinsip

Contoh dilarutkan dengan NaOH dan Na_2O_2 dan diasamkan dengan H_2SO_4. Kemudian ditambahkan karminat untuk pewarnaan boron dan diukur serapannya pada panjang gelombang ± 600 nm.

3.1.2.2. Pereaksi

1) Asam sulfat (1 + 1)

2) Larutan NaOH

Larutkan 10 g NaOH dalam 100 ml air.

3) Natrium peroksida, Na_2O_2

4) Larutan asam karminat

Larutkan 0,02 g asam karminat dalam 100 ml H_2SO_4

Larutan ini dibuat sesaat hendak dipakai.

5) Larutan baku Boron (0,25 mg B/ml)

Larutkan 1,425 g asam borat (H_3BO_3) dengan air, masukkan kedalam labu ukur 1000 ml, dan encerkan dengan air sampai tanda tera dan kocok.

3.1.2.3. Peralatan

Fotometer

3.1.2.4. Prosedur

1) Timbang 2,00 gram contoh dengan ketelitian 1 mg dan masukkan kedalam cawan nikel 150 ml .
2) Tambahkan 25 ml larutan NaOH, sedikit demi sedikit tutup dengan penutup cawan nikel, biarkan contoh mengurai.
3) Setelah reaksi mereda, tambahkan 2 g Na_2O_2 dan panaskan hingga Na_2O_2 terurai (catatan 1).
4) Ulangi penambahan Na_2O_2 sebanyak 2 kali dan panaskan hingga Na_2O_2 terurai (catatan 1).
5) Dinginkan cawan dalam air yang mengalir.
6) Pindahkan larutan contoh kedalam gelas kimia 300 ml yang telah berisi 30 ml H_2SO_4 (1+1).
7) Cuci cawan nikel 2 kali dengan air, cuci dengan 10 ml H_2SO_4 (1+1), cuci lagi dengan air sebanyak 2 kali.
8) Campurkan air cucian kedalam larutan contoh dan panaskan hingga larutan jernih.
9) Dinginkan gelas kimia dalam air yang mengalir pada suhu kamar.
10) Pindahkan larutan contoh kedalam labu ukur 100 ml dan encerkan dengan air sampai tanda tera dan kocok.
11) Pipet 2 ml aliquot tersebut diatas dan masukkan kedalam labu 25 ml yang kering dan bertutup gelas.
12) Tambahkan 20 ml asam karminat, kocok secukupnya agar timbul warna (catatan 2).
13) Diamkan selama 40 menit (catatan 3)

14) Ambil sebagian dari larutan dan masukkan kedalam sel serapan fotometer (catatan 4).

15) Ambil larutan blanko (catatan 5) sebagai pembanding.

16) Ukur serapannya pada panjang gelombang ± 600 nm.

3.1.2.5. Pembuatan kurva kalibrasi

1) Timbang masing-masing 2,00 g aluminium murni dan masukkan kedalam beberapa cawan nikel 150 ml . .

2) Tambahkan larutan baku boron mulai dari 0,8 ml hingga 6,0 ml (setara dengan 0,2 hingga 1,5 mg boron).

3) Pengerjaan selanjutnya sesuai dengan prosedur 3.1.2.4.

4) Buat kurva kalibrasi antara serapan yang diperoleh terhadap kadar boron pada larutan baku.

3.1.2.6. Perhitungan

Banyak boron yang ada pada larutan contoh didapat dari kurva kalibrasi (catatan 6) yang dibuat seperti pada 3.1.2.5. dan kadar boron didalam contoh dapat dihitung dari rumus :

$$\text{Kadar boron} = \frac{A}{W \times B} \times 100\ \%$$

dimana :

A = banyak boron dalam aliquot dari larutan contoh (g)

W = berat contoh (g)

B = perbandingan aliquot dan larutan contoh ..

Catatan :

1. Jika terdapat endapan pada dinding cawan, miringkan dan putar cawan sehingga endapan yang menempel pada dinding cawan melarut.
2. Dinginkan larutan yang diwarnai pada suhu kamar dalam air yang mengalir.
3. Setelah penambahan asam karminat, warna yang terbentuk akan stabil selama 30-90 menit.

4. Prosedur ini berlaku untuk sel serapan dengan ukuran 10 mm, sel dengan ukuran lain juga dapat digunakan dengan penyesuaian jumlah contoh dan pereaksi.
5. Larutan blanko dibuat dengan 2,00 g aluminium murni sesuai dengan prosedur 3.1.1.4.
6. Kurva kalibrasi harus selalu dibuat baru setiap kali analisa.